

ICP-AES 测定大豆粉中钙、铁和锌

李海涛^① 焦立为 阿力甫·阿布都
(新疆分析测试中心 乌鲁木齐市北京南路 40 号 830011)

摘要 试样经湿法消解后, 采用 ICP-AES 同时测定大豆粉中钙、铁和锌。本方法所测结果顺利通过了 CNAL T 0186 大豆中营养成分检测能力验证比对实验。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法, 大豆粉, 湿法消解, 钙, 铁, 锌。

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1004-8138(2006)05-0959-03

1 前言

食品与人的健康关系极为密切, 维持人的生存离不开必需的营养素。研究表明, 一切活的生命在维持生命过程中都需要许多矿物质; 钙为人体需要的较大量的矿物质之一, 而铁和锌又是人体必需的微量矿物元素。

人体所需的矿物质除维持体液和构造硬组织外, 在构成肌肉、血液、肝、肾的体细胞的生长、维持和修复中, 以及在新陈代谢期间能量的释放中, 都起着十分重要的作用, 但这些营养元素必须从膳食中摄取^[1]。价廉物美的大豆及深加工后的豆奶粉、豆腐、腐竹等营养价值高, 能增强人的体质和防治慢性“富贵病”的发生, 起到延年益寿的作用, 所以它越来越引起人们的关注。

研究大豆粉中无机元素钙、铁和锌的含量多少可以科学直观地指导人们的膳食结构, 为构建和谐稳定的社会提供科学营养膳食依据, 具有一定现实意义。

2 实验部分

2.1 仪器及工作条件

ICPQ-1000 型光谱计(日本岛津公司), 入射功率 1.2kW, 反射功率 < 5W; 冷却气流量 11L/min, 辅助气流量 1.2L/min, 载气流量 1.0L/min; 观察高度: 负载线圈上 15mm; 积分时间 20s, 玻璃气动雾化器及双筒雾室; 光栅刻线 1920 条/mm^[2]。

2.2 试剂与标准溶液

钙、铁及锌标准工作溶液(国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院)均由 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 逐级稀释配制。

试剂为硝酸(优级纯)、高氯酸(优级纯), 实验用水为二次去离子水。

表 1 列出了所测 Ca、Fe 及 Zn 元素的波长, 各组高点浓度和测定下限。

表 1 元素、波长、标准浓度和测定下限

元素	波长(nm)	检测范围($\mu\text{g}/\text{mL}$)
Ca	393.37	0.001—200
Fe	259.94	0.004—100
Zn	206.20	0.006—100

^① 联系人, 电话: (0991) 3835921; E-mail: 123lht123@163.com

作者简介: 李海涛(1977—), 男, 新疆伊宁县人, 助理实验师, 主要从事等离子体原子发射光谱、红外光谱及常规分析。

收稿日期: 2006-04-30; 接受日期: 2006-05-22

2.3 样品溶液的制备

(1) 试样在 $80^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中烘 6h, 用以去除试样中的水分, 烘干后放入盛有硅胶的干燥器中保存, 冷却至室温后进行称量。

(2) 准确称试样或标样 $0.5\text{g} (\pm 0.0002\text{g})$ 于 100mL 烧杯中, 加入 10.0mL 优级纯 HNO_3 , 加表面皿盖后放置过夜, 再放置在电热板上低温加热, 蒸至近干时, 取下, 放冷, 补加 1.0mL 高氯酸及 5.0mL HNO_3 后, 再盖表面皿, 继续放置在电热板上低温加热, 在最后冒高氯酸白烟时不要打开表面皿, 待试样处理呈白色时, 去盖, 将高氯酸赶净, 取下放冷, 再加 10.0mL $\text{HNO}_3 (1+1)$ 热浸提, 使之完全溶解后, 转移到 25.0mL 的容量瓶中, 定容后待测。

3 结果与讨论

3.1 GB/T 5009.14—2003 食品中锌的测定^[3]

试样处理采用干法: 必须将试样炭化后在 $500^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 灰化 8h 后, 放冷后再加混合酸[硝酸+高氯酸(3+1)], 反复消化, 定容至 50mL 容量瓶中。此法炭化时间过长, 不节能, 且在炭化过程中易损失试样, 使结果偏低。

3.2 GB/T 5009.90—2003 食品中铁、镁、锰的测定^[4]

试样消化采用湿法: 称取试样后加混合酸消化液 20—30mL; 由于混合酸中[硝酸+高氯酸(4+1)]一起加入到试样中, 试样中又含有大量有机质, 在未先加浓 HNO_3 消解就使用高氯酸, 而高氯酸遇有机物易发生爆炸, 此法若操作不当, 存在安全隐患。

3.3 GB/T 5009.92—2003 食品中钙的测定^[5]

试样消化采用湿法, 若操作不当与 3.2 存在同样安全隐患。

3.4 本法测定大豆中钙、铁和锌

本法的前处理均采用湿法消解, 在考虑同时测定 3 种元素的检出限时, 合理称取试样, 保证在最佳测定范围内测定, 先用浓 HNO_3 消解, 再用硝酸和高氯酸消解, 最后用硝酸热浸提。本方法既能保证试验安全, 又使数据准确可靠。结果见表 2, 与 CN AL T0186 大豆中营养成分检测能力验证比对实验见表 3。

表 2 CNAL T0186 大豆和小麦粉 GBW08503 中的钙、铁和锌测定结果

	样品 A(mg/kg)			样品 B(mg/kg)			小麦粉 GBW08503(mg/kg)		
	Ca	Fe	Zn	Ca	Fe	Zn	Ca	Fe	Zn
1	1.70×10^3	160	45.3	1.57×10^3	98.2	39.3	444	39.6	23.8
2	1.70×10^3	161	45.0	1.58×10^3	98.7	39.2	448	39.3	24.5
3	1.69×10^3	164	45.5	1.56×10^3	101	39.1	453	40.8	24.4
4	1.69×10^3	161	45.2	1.57×10^3	101	39.6			
5	1.69×10^3	161	45.0	1.57×10^3	101	39.6			
6	1.69×10^3	164	45.5	1.56×10^3	97.9	39.7			
7	1.69×10^3	162	45.4	1.58×10^3	97.8	38.9			
平均值	1.69×10^3	162	45.3	1.57×10^3	99.4	39.3	448	39.9	24.2
RSD(%)	0.29	0.97	0.47	0.52	1.56	0.76			
推荐值							441±22	39.8±2.6	22.7±2.0

表 3 CNAL T0186 大豆中钙、铁和锌测定结果与能力验证对照

测试项目	样品	实验室结果	中位值	标准化 IQR	实验室内 Z 比分数(ZB)	实验室内 Z 比分数(ZW)
Ca	A (mg/kg)	1.69×10^3	1.59×10^3	118.61	0.74	0.00
	B (mg/kg)	1.57×10^3	1.48×10^3	118.61		
Fe	A (mg/kg)	162	152	8.15	1.46	0.51
	B (mg/kg)	99.4	93.3	4.65		
Zn	A (mg/kg)	45.3	44.1	2.12	0.54	0.45
	B (mg/kg)	39.3	38.4	2.30		

注: $|Z| \leq 2$ 为满意结果; $2 < |Z| < 3$ 为有问题的结果; $|Z| \geq 3$ 为不满意(离群)结果。

4 结论

应用 ICP-AES 测定大豆粉中钙、铁和锌的含量,参加了 CNAL T0186 大豆中营养成分检测能力验证比对实验,并通过能力验证。验证结果表明:前处理采用湿法消解,ICP-AES 法同时测定大豆粉中钙、铁、锌的含量,具有一定的推广应用价值。

参考文献

- [1] 罗明泉编译. 食品营养成分分析[M]. 北京: 中国食品出版社, 1987. 13—14.
- [2] 战国利. ICP-AES 法测定钛合金中的 6 种元素[J]. 光谱实验室, 2000, 17(4): 414—415.
- [3] 中华人民共和国国家标准. 食品中锌的测定[S]. GB/T 5009. 14—2003. 北京: 中国标准出版社, 2004. 105—107.
- [4] 中华人民共和国国家标准. 食品中铁 镁 锰的测定[S]. GB/T 5009. 90—2003. 北京: 中国标准出版社, 2004. 645.
- [5] 中华人民共和国国家标准. 食品中钙的测定[S]. GB/T 5009. 92—2003. 北京: 中国标准出版社, 2004. 655.

Determination of Ca, Fe and Zn Elements in Soybean Powder by ICP-AES

LI Hai-Tao JIAO Li-Wei ALIFU Abudu

(Xinjiang Analytical and Testing Center, No. 40 Beijingnanlu, Urumuqi 830011, P. R. China)

Abstract The samples were treated wetly, and the amount of three elements(Ca, Fe, Zn) in soybean powder were determined by ICP-AES. The method smoothly passed CNAL T0186 soybean.

Key words ICP-AES, Soybean Powder, Wet Digested, Ca, Fe, Zn.

本刊可上网查阅

由于本刊在 2001—2005 年被《中国核心期刊(遴选)数据库》收录,全文上网,因此,读者、作者均可直接上网查阅。网址:

<http://www.periodicals.net.cn>

<http://www.wanfangdata.com.cn>

<http://gpsys.periodicals.net.cn>

<http://gps.chinajournal.net.cn>